

SINTESIS NANOKRISTALIN CaCO_3/MgO UNTUK APLIKASI BAHAN ANTIBAKTERI

Zahrotul Jannah¹⁾ Lydia Rohmawati²⁾

¹⁾ Mahasiswa Prodi S1-Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email : zahrotuljannah1@mhs.unesa.ac.id

²⁾ Dosen Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email : lydiarohmawati@unesa.ac.id

Abstrak

Berbagai macam penyakit dapat tumbuh akibat adanya aktivitas bakteri patogen dan virus, sehingga dibutuhkan bahan antibakteri untuk menghambat aktivitas bakteri. Bahan antibakteri dapat dibuat dari bahan anorganik yaitu CaCO_3/MgO dengan ukuran nanokristalin. Ukuran nanokristalin dapat meningkatkan aktivitas antibakteri karena dapat menaikkan pH bakteri. Sintesis nanokristalin dari komposit CaCO_3/MgO dibuat dengan metode *mixing* dengan kalsinasi suhu 800 °C, kemudian dilakukan karakterisasi XRD. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa komposit CaCO_3/MgO mengandung fase kalsit (CaCO_3) 64,2% dan MgO 35,8 %. Berdasarkan analisis *rietveld*, komposit CaCO_3/MgO memiliki ukuran kristal antara 61,85 - 66,11 nm yang termasuk dalam nanokristalin serta berpotensi sebagai bahan antibakteri yang baik.

Kata Kunci: sintesis, nanokristalin, CaCO_3/MgO , antibakteri.

Abstract

Various diseases can grow due to the activity of pathogenic bacteria and viruses, so it takes antibacterial substances to inhibit bacterial activity. An antibacterial agent can be made from inorganic material such as CaCO_3/MgO with nanocrystalline size. The size of nanocrystalline can increase antibacterial activity because raise the pH of bacteria. Synthesis nanocrystalline from CaCO_3/MgO composite was made by mixing and calcination methods at temperature 800 °C, then XRD characterization was done. The XRD characterization results show that the CaCO_3/MgO composite contains calcite (CaCO_3) phases 64.2% and MgO phases 35.8 %. Based on rietveld analysis, the CaCO_3/MgO composite had crystalline size between 61.85 - 66.11 nm included in nanocrystalline and potentially to be good antibacterial agent.

Keywords: synthesis, nanocrystalline, CaCO_3/MgO , antibacterial.

PENDAHULUAN

Berbagai macam penyakit dapat tumbuh akibat adanya bakteri patogen dan virus. Penyakit yang disebabkan oleh pertumbuhan bakteri dan virus merupakan penyakit yang sangat kronis (Senpuku *et al.*, 2003), apalagi jika bakteri tersebut hidup di dalam rongga mulut. Untuk menghentikan aktivitas bakteri dibutuhkan bahan antibakteri yang aman bagi manusia.

Bahan antibakteri dapat dibuat dari bahan organik maupun anorganik. Namun, bahan anorganik lebih banyak diminati karena memiliki stabilitas yang tinggi dibandingkan bahan organik (Hewitt *et al.*, 2001; Makhluaf *et al.*, 2015). Beberapa penelitian menyebutkan bahwa bahan anorganik dari keramik memiliki aktivitas antibakteri yang baik seperti MgO , ZnO , TiO_2 dan komposit CaCO_3/MgO (Yamamoto *et al.*, 2008; Sundrarajan *et al.*, 2012).

Menurut Yamamoto *et al.* (2010) bahan antibakteri dari nanokristalin CaCO_3/MgO merupakan bahan antibakteri dengan fungsi ganda yang memiliki kemampuan abrasif dan aktivitas antibakteri yang baik. CaCO_3/MgO adalah bahan keramik dengan sistem kristal

yang mampu menghambat aktivitas bakteri. Aktivitas antibakteri dalam kristal keramik diasumsikan karena adanya golongan oksigen aktif (generasi O_2^-) dari permukaan bahan antibakteri yang berhubungan dengan faktor kristalografi (Ohira and Osamu, 2012). Pada permukaan bahan terdapat ion golongan superoksida O_2^- yang dilepaskan, ion tersebut memberikan tekanan pada dinding sel bakteri serta mengikat membrane sel yang menyebabkan metabolisme bakteri terhenti (Hewitt *et al.*, 2001; Yamamoto *et al.*, 2010; Tang and Bin-Feng, 2014). Ukuran kristal merupakan salah satu faktor kristalografi yang dapat mempengaruhi aktivitas antibakteri. Ukuran nanokristalin dapat menaikkan pH hingga 11,0 berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Ohira dan Osamu (2012). Semakin tinggi nilai pH yang dihasilkan maka semakin besar daya hambat aktivitas antibakteri yang dimiliki oleh suatu bahan.

Sintesis nanokristalin dari komposit CaCO_3/MgO dibuat dengan metode *mixing* dan kalsinasi hingga suhu 800 °C sesuai dengan penelitian Yamamoto *et al.* (2010). Untuk mendapatkan nanokristalin kalsit (CaCO_3) dari cangkang kerang digunakan metode karbonasi dengan

kecepatan aliran gas CO_2 2,8 liter/menit (Rahmawati dkk., 2013).

METODE

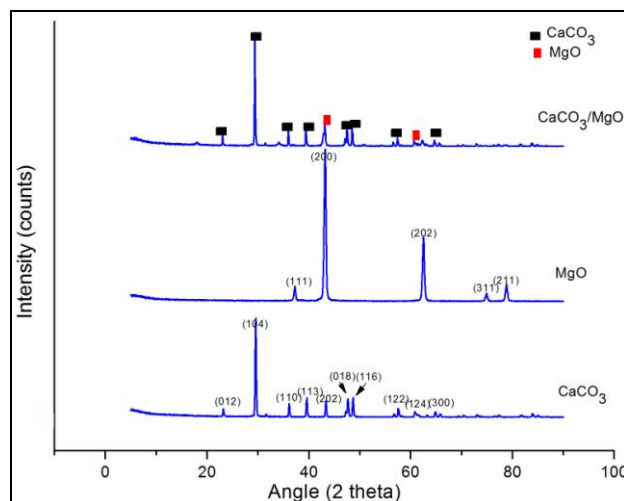
Dalam penelitian ini menggunakan beberapa peralatan yaitu, neraca digital, spatula, mortal dan alu, ayakan 200 mesh, crucible alumina 100 ml, furnace, magnetic stirrer, alat karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD). Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, cangkang kerang darah, HCl 12 M (37%), NH_4OH (20%), larutan aquades, gas CO_2 , PEG 4000, serbuk MgO.

Mengacu pada penelitian Rahmawati dkk. (2013) pembuatan ekstrak kalsium karbonat dari cangkang kerang dimulai dengan mencuci cangkang kerang sampai bersih dan dikeringkan selama satu hari kemudian direndam dengan HCl 2 M selama 24 jam, dicuci kembali dengan aquades lalu dikeringkan selama 24 jam, kemudian sampel dihaluskan dengan menggunakan mortar dan alu, diayak dengan ayakan ukuran 200 mesh (kertas kalkir) untuk memperoleh ukuran partikel yang homogen. Setelah itu, dikalsinasi dengan suhu 900°C selama 5 jam, kemudian dilarutkan dalam HCl 10 M. Setelah diperoleh larutan CaCl_2 , sampel ditambahkan NH_4OH untuk memperoleh pH 10 dan dialiri gas CO_2 dengan kecepatan 2,8 liter/menit. Selanjutnya, diendapkan selama 36 jam, hasil endapan disaring dan dipanaskan pada suhu 90°C . Kemudian sampel dikarakterisasi dengan XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk.

Dalam pembuatan nanokristalin CaCO_3/MgO dilakukan dengan menggunakan metode *mixing* dan kalsinasi hingga suhu 800°C (Yamamoto *et al.*, 2010). Massa total sampel yang digunakan sebesar 5 gram dengan komposisi 80%wt CaCO_3 dan 20%wt MgO sesuai dengan komposisi dolomit. Sampel kemudian dilarutkan dalam larutan yang terdiri dari 6 gram PEG 4000 dan 20 ml aquades dengan kecepatan 7 rpm suhu 80°C selama 30 menit. Sampel disaring menggunakan kertas saring dan dipanaskan pada suhu 90°C selama 3 jam. Setelah itu sampel dihaluskan dan dipanaskan kembali pada suhu 800°C selama 30 menit. Sampel diambil pada suhu ruang kemudian dihaluskan hingga menjadi serbuk. Selanjutnya serbuk komposit CaCO_3/MgO dikarakterisasi dengan XRD.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Difraksi sinar-X menghasilkan data berupa posisi puncak (2 θ), jarak antar bidang (d) yang menunjukkan indeks miller fasa, dan intensitas difraksi (I). Data ini selanjutnya digunakan untuk identifikasi fasa dan analisis ukuran kristal dari sampel yang diuji. Hasil uji XRD dilakukan analisis *match* untuk mengetahui fasa yang terbentuk baik pada sampel CaCO_3 , MgO maupun komposisinya.

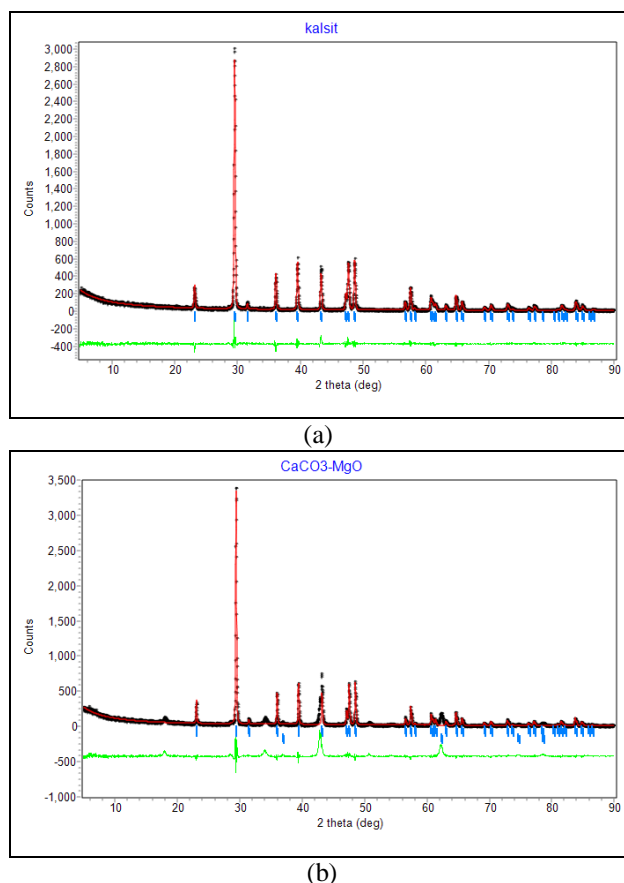


Gambar 1. Perbandingan pola difraksi sinar-X dari serbuk CaCO_3 , MgO, dan $\text{CaCO}_3/20\%$ wt MgO

Gambar 1 menunjukkan bahwa fase yang terdapat pada serbuk CaCO_3 merupakan fase kalsit dengan intensitas difraksi tertinggi terjadi pada saat $2\theta = 29,69^\circ$ yang memiliki indeks miller (104), selanjutnya diikuti dengan puncak-puncak (113), (116), (018), (202), (110), (012) dan lainnya sesuai dengan *PDF card* nomor 96-101-0963. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Rahman *et al.* (2013) kalsit memiliki indeks miller (104) dengan sudut sekitar 29° dimana pada sudut tersebut terjadi intensitas maksimum. Pada penelitian ini puncak difraksi MgO terjadi pada $2\theta = 43,10^\circ$ dengan indeks miller (200), kemudian puncak-puncak lainnya yaitu (202), (222), (111) dan (311) berdasarkan *PDF card* nomor 96-230-0200, hasil tersebut juga sesuai dengan penelitian Armaghan dan Mostsfa (2014) bahwa puncak difraksi MgO terjadi pada $2\theta = 42,9^\circ$ dengan indeks miller (200). Hasil dari pola difraksi serbuk CaCO_3 dan MgO dibandingkan dengan pola difraksi serbuk komposit $\text{CaCO}_3/20\%$ wt MgO seperti yang terlihat pada Gambar 1. Pada gambar tersebut puncak difraksi serbuk $\text{CaCO}_3/20\%$ wt MgO menunjukkan bentuk puncak yang dimiliki oleh kalsit dan MgO dengan kandungan kalsit (CaCO_3) 64,2% dan MgO 35,8 % sesuai dengan *PDF card* nomor 96-900-1298. Hal ini membuktikan adanya komposit dari kedua unsur tersebut. Pola difraksi serbuk komposit CaCO_3/MgO didominasi oleh puncak kalsit karena komposisi persen berat serbuk CaCO_3 empat kali lebih besar dibandingkan dengan serbuk MgO (80%wt CaCO_3 dan 20% wt MgO). Hasil difraksi yang serupa juga diperoleh pada penelitian Yamamoto *et al.* (2010) dimana fase kalsit mendominasi komposit CaCO_3/MgO dengan bahan dasar dolomit sebagai bahan antibakteri. Dengan demikian pada penelitian ini diharapkan serbuk

komposit CaCO_3/MgO yang dibuat mampu memiliki aktivitas antibakteri yang baik.

Untuk mengetahui ukuran kristal pada sampel dilakukan analisis *Rietveld* dengan cara mencocokkan model (*database*) dengan data hasil uji XRD menggunakan *software Rietica*. Hasil *refinement* dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Hasil *refinement* (a) CaCO_3 (b) komposit $\text{CaCO}_3/20\% \text{wt MgO}$

Pada Gambar 2 warna merah merupakan fase model yang dibuat berdasarkan data kristalografi masing-masing sampel, warna hitam adalah fase yang diperoleh dari hasil eksperimen, dan warna hijau merupakan hasil *refinement* yang menunjukkan selisih antara fase model dengan fase eksperimen. Fase model untuk kalsit (CaCO_3) diperoleh dari *American Mineralogist* 46 (1961) 1283-1316 *Crystallographic* (AMCSD 0000098) dengan *space group* $R\bar{3}c$ serta parameter sel $a = b = 4,9900 \text{ \AA}$, $c = 17,0615 \text{ \AA}$. Untuk model *refinement* MgO diperoleh dari *American Mineralogist* 61 (1976) 266-271 *Crystallographic* (AMCSD 0000501) dengan *space group* $Fm\bar{3}m$ dan parameter sel $a = b = c = 4,2110 \text{ \AA}$. Berdasarkan Gambar 2 terlihat bahwa fase eksperimen memiliki bentuk yang sesuai dengan fase model baik pada kalsit (CaCO_3) maupun komposit CaCO_3/MgO .

Hasil yang diperoleh dari proses *refinement* menunjukkan bahwa kalsit dalam serbuk CaCO_3 memiliki ukuran kristal 21,07 nm dan serbuk MgO memiliki ukuran kristal sekitar 47,72 nm. Setelah keduanya dikompositkan menjadi serbuk CaCO_3/MgO , ukuran kristal berkisar antara 61,85 - 66,11 nm. Perubahan ukuran kristal disebabkan oleh pengaruh temperatur pada proses kalsinasi pembuatan komposit CaCO_3/MgO . Berdasarkan hasil *refinement* serbuk $\text{CaCO}_3/20\% \text{wt MgO}$ memiliki nanokristalin dengan ukuran kristal $< 100 \text{ nm}$. Adanya ukuran nanokristalin $\text{CaCO}_3/20\% \text{wt MgO}$ memungkinkan menghambat aktivitas bakteri dengan baik karena dapat meningkatkan pH bakteri hingga 11,0 dimana pH berasal dari logam alkali tingkat tinggi sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Ohira dan Osamu (2012).

PENUTUP

Simpulan

Sintesis nanokristalin CaCO_3/MgO menggunakan metode *mixing* dengan kalsinasi suhu 800°C menghasilkan komposit CaCO_3/MgO yang mengandung fase kalsit (CaCO_3) 64,2% dan MgO 35,8 %. Berdasarkan analisis *rietveld*, komposit CaCO_3/MgO memiliki ukuran kristal antara 61,85 - 66,11 nm yang termasuk dalam nanokristalin serta berpotensi sebagai bahan antibakteri yang baik.

Saran

Untuk mengetahui morfologi dari kristal dan ukuran kristal CaCO_3/MgO dapat dilakukan karakterisasi SEM dan TEM sehingga ukuran nanokristalin dapat terlihat dengan jelas. Dibutuhkan uji aktivitas antibakteri pada nanokristalin CaCO_3/MgO untuk membuktikan bahwa bahan tersebut memiliki aktivitas antibakteri yang baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Hewitt, C. J., Sanjay, R. B., Andrea, A., Gerhard, N., and Caroline, M. M. (2001). An Evaluation of the Antibacterial Action of Ceramic Powder Slurries Using Multi-parameter Flow Cytometry. *Biotechnology Letters*, Vol. 23 (1): pp. 667-675.
- Makhluf, S., Rachel, D., Yeshayahu, N., Yaniv, A., Raz, J., and Aharon, G. (2005). Microwave-assisted synthesis of nanocrystalline MgO and its use as a bactericide. *Advanced Functional Materials*, Vol. 15 (10): pp. 1708-1715.
- Ohira, T. and Osamu Yamamoto. (2012). Correlation between antibacterial activity and crystallite size on ceramics. *Chemical Engineering Science*, Vol. 68: pp. 355-361.

- Rahmawati, I. N., Nugrahani, P. P., dan Lydia, R. (2013). Pengaruh Variasi Kecepatan Aliran Gas CO_2 Terhadap Kemurnian dan Ukuran Kristal Nanokalsit dari Cangkang Kerang Bulu dengan Metode Karbonasi. *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia*, Vol. 2 (3): hal. 51-53.
- Senpuku, H., Sogame, A., Inoshita, E., Tsuha, Y., Miyazaki, H., and Hanada, N. (2003). Systemic Disease in Association with Microbial Species in Oral Biofilm from Elderly Requiring Care. *Gerontology*, Vol. 49 (5): pp. 301-309.
- Sundrarajan, M., Suresh, J., and Gandhi, R. R. (2012). A Comparative Study on Antibacterial Properties of MgO Nanoparticles Prepared under Different Calcination Temperature. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, Vol. 7 (3): pp. 983 – 989.
- Tang, Zhen-Xing and Bin-Feng Lv. (2014). MgO nanoparticles as antibacterial agent: Preparation and activity. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, Vol. 31 (3): pp. 591-601.
- Yamamoto, O., Toshiaki, O., Dodda, J. M., Masayuki, F., Burak, O., Jun, S., and Zenbe-e, N. (2008). Antibacterial characteristics of carbon-coated CaCO_3/MgO powder led by the pyrolysis of poly (vinyl alcohol)-dolomite mixture. *Carbon*, Vol. 46 (232): pp. 77-81.
- Yamamoto, O., Toshiaki O., Kelly A., and Masayuki F. (2010). Antibacterial characteristics of $\text{CaCO}_3\text{-MgO}$ composites. *Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology*, Vol. 173 (1-3): pp. 208-212.